

## **Procédé et appareil de séparation d'air par distillation cryogénique**

La présente invention est relative à un procédé et à un appareil de séparation d'air par distillation cryogénique. En particulier il concerne un procédé de séparation d'air utilisant une colonne de mélange pour la production d'oxygène gazeux impur.

Il est connu de EP-A-0538118 d'utiliser une double colonne et une colonne de mélange pour produire de l'oxygène impur avec un surpresseur dédié d'air pour comprimer l'air à la pression de la colonne de mélange.

La présente invention vise à réduire les coûts d'investissement d'un tel appareil.

Selon un objet de l'invention, il est prévu un procédé de séparation d'air par distillation cryogénique dans une installation comprenant une colonne moyenne pression, une colonne basse pression et une colonne de mélange dans lequel

i) on comprime de l'air dans un compresseur, on le refroidit dans une ligne d'échange et on envoie une première partie de l'air à la cuve de la colonne de mélange

ii) on envoie une deuxième partie de l'air à la colonne moyenne pression où il se sépare

iii) on envoie un liquide enrichi en oxygène et un liquide enrichi en azote de la colonne moyenne pression vers la colonne basse pression

iv) on envoie un liquide riche en oxygène de la colonne basse pression vers la tête de la colonne de mélange

v) on soutire au moins un débit de liquide de la colonne moyenne ou basse pression

vi) on surpresse la deuxième partie de l'air dans un surpresseur, on le refroidit dans la ligne d'échange, on la divise en une première fraction et une deuxième fraction

vii) on refroidit la première fraction de l'air dans la ligne d'échange, on le liquéfie au moins partiellement et on l'envoie à la colonne moyenne pression et/ou la colonne basse pression

viii) on détend la deuxième fraction de l'air dans une turbine Claude et on l'envoie à la colonne moyenne pression et

ix) on soutire un débit riche en oxygène de la colonne de mélange et on le réchauffe dans la ligne d'échange.

Selon d'autres aspects facultatifs :

- le liquide soutiré de la colonne moyenne ou basse pression est un produit

5 final

- le surpresseur est couplé à la turbine Claude.

- le surpresseur est un surpresseur froid.

- la colonne de mélange opère à entre 8 et 20 bars abs.

- tout l'air destiné à la distillation est comprimé à entre 8 et 20 bars abs.

10

- entre 40 et 90 % de l'air destiné à la distillation est surpressé.

- l'air surpressé est surpressé à entre 12 et 30 bars abs.

Selon un autre aspect de l'invention, il est prévu une installation de séparation d'air par distillation cryogénique dans un appareil comprenant une colonne moyenne pression, une colonne basse pression et une colonne de mélange, une turbine Claude, un surpresseur, des moyens pour comprimer de l'air, des moyens pour envoyer une partie de l'air comprimé de l'air à la colonne de mélange, des moyens pour envoyer une autre partie de l'air comprimé au surpresseur, des moyens pour envoyer une fraction de l'air surpressé à la turbine Claude et pour envoyer l'air détendu à la colonne moyenne pression, des moyens pour envoyer le reste de l'air surpressé à la colonne moyenne pression et/ou basse pression après liquéfaction et détente et des moyens pour soutirer au moins un liquide de la colonne moyenne pression et/ou de la colonne basse pression comme produit final.

15

20

Le surpresseur peut être couplé à la turbine Claude.

25

Un exemple de mise en œuvre de l'invention vont maintenant être décrits en regard du dessin annexé, sur lequel la figure 1 représente schématiquement un mode de réalisation de l'installation de distillation d'air conforme à l'invention.

L'installation de distillation d'air représentée à la figure 1 est destinée à produire de l'oxygène impur OI, par exemple ayant une pureté de 80 à 97 % et de préférence de 85 à 95 % sous une pression déterminée P nettement différente de  $6 \times 10^5$  Pa abs., par exemple sous 8 à  $20 \times 10^5$  Pa. L'installation comprend essentiellement une ligne d'échange thermique 1, une double colonne de distillation comprenant elle-même une colonne moyenne pression 3, une colonne basse pression 4 et un condenseur-vaporiseur principal 5, et une colonne de

30

mélange 6. La colonne de mélange 6 et la colonne basse pression 4 sont intégrées dans une seule structure. La colonne moyenne pression 3 forme une structure à part et est surmontée du condenseur-vaporiseur 5, comme décrit dans EP-A-1978212. Les colonnes 3 et 4 fonctionnent typiquement sous environ  $6 \times 10^5$  Pa et environ  $1 \times 10^5$  Pa respectivement.

Comme expliqué en détail dans le document US-A-4,022,030, une colonne de mélange est une colonne qui a la même structure qu'une colonne de distillation mais qui est utilisée pour mélanger de façon proche de la réversibilité un gaz relativement volatil, introduit à sa base, et un liquide moins volatil, introduit à son sommet.

Un tel mélange produit de l'énergie frigorifique et permet donc de réduire la consommation d'énergie liée à la distillation. Dans le cas présent, ce mélange est mis à profit, en outre, pour produire directement de l'oxygène impur sous la pression P, comme cela sera décrit ci-dessous.

L'air à séparer par distillation est comprimé à  $15 \times 10^5$  Pa (en général entre  $8$  et  $20 \times 10^5$  Pa) dans un compresseur C01 et convenablement épuré, est divisé en deux. Une partie de cet air constituant entre 40 et 90% de l'air est surpressée dans un surpresseur 8 jusqu'à une pression d'entre  $12$  et  $30 \times 10^5$  Pa, refroidie dans la ligne d'échange 1 et divisé en deux fractions. Une fraction poursuit son refroidissement dans la ligne d'échange 1 où elle se liquéfie au moins partiellement avant d'être introduite à la colonne moyenne pression 3 par une conduite 7. Une partie ou tout cet air liquéfié peut être envoyé à la colonne basse pression 4. Une autre fraction de l'air surpressé en 8 puis refroidie, est détendue à la moyenne pression dans une turbine Claude 9 couplée au surpresseur 8, puis envoyé en cuve de la colonne moyenne pression 3 sous forme gazeuse, quelques plateaux en dessous du point d'arrivée de la conduite 7. Du « liquide riche » (air enrichi en oxygène), prélevé en cuve de la colonne 3 est, après détente dans une vanne de détente 10, introduit dans la colonne 4. Du « liquide pauvre » (azote impur) 11 prélevé en haut de la colonne 3 est, après détente dans une vanne de détente 12, introduit au sommet de la colonne 4, et le gaz produit en tête de la colonne 4 constituant le gaz résiduaire NI de l'installation est réchauffé dans la ligne d'échange 1 et évacué de l'installation.

De l'oxygène liquide, plus ou moins pur suivant le réglage de la double colonne, est soutiré en cuve de la colonne 4, envoyé par la conduite 24 au

condenseur-vaporiseur 5 où il se vaporise partiellement formant un gaz 25 qui est renvoyé à la colonne basse pression 4. Du liquide 26 est soutiré du condenseur 5, porté par une pompe 13 à une pression  $P_1$ , légèrement supérieure à la pression  $P$  précitée pour tenir compte des pertes de charge ( $P_1 - P$  inférieur à  $1 \times 10^5$  Pa), et en partie introduit au sommet de la colonne 6. Une partie 27 de l'oxygène liquide peut être envoyé à un stockage. De l'air auxiliaire provenant du compresseur C01, comprimé à une pression largement au-dessus de la moyenne pression et refroidi partiellement dans la ligne d'échange 1, est introduit à la base de la colonne de mélange 6. De cette dernière sont soutirés trois courants de fluide : à sa base, du liquide voisin du liquide riche et réuni à ce dernier via une conduite 15 munie d'une vanne de détente 15A ; en un point intermédiaire, un mélange essentiellement constitué d'oxygène et d'azote, qui est renvoyé en un point intermédiaire de la colonne basse pression 4 via une conduite 16 munie d'une vanne de détente 17 ; et à son sommet de l'oxygène impur, qui, après réchauffement dans la ligne d'échange thermique, est évacué, sensiblement à la pression  $P$ , de l'installation via une conduite 18 en tant que gaz de production OI.

Un débit d'azote liquide est soutiré en tête de la colonne moyenne pression 3 comme produit final.

On a également représenté sur la figure 1 des échangeurs de chaleur auxiliaires 19, 20 assurant la récupération du froid disponible dans les fluides en circulation dans l'installation.

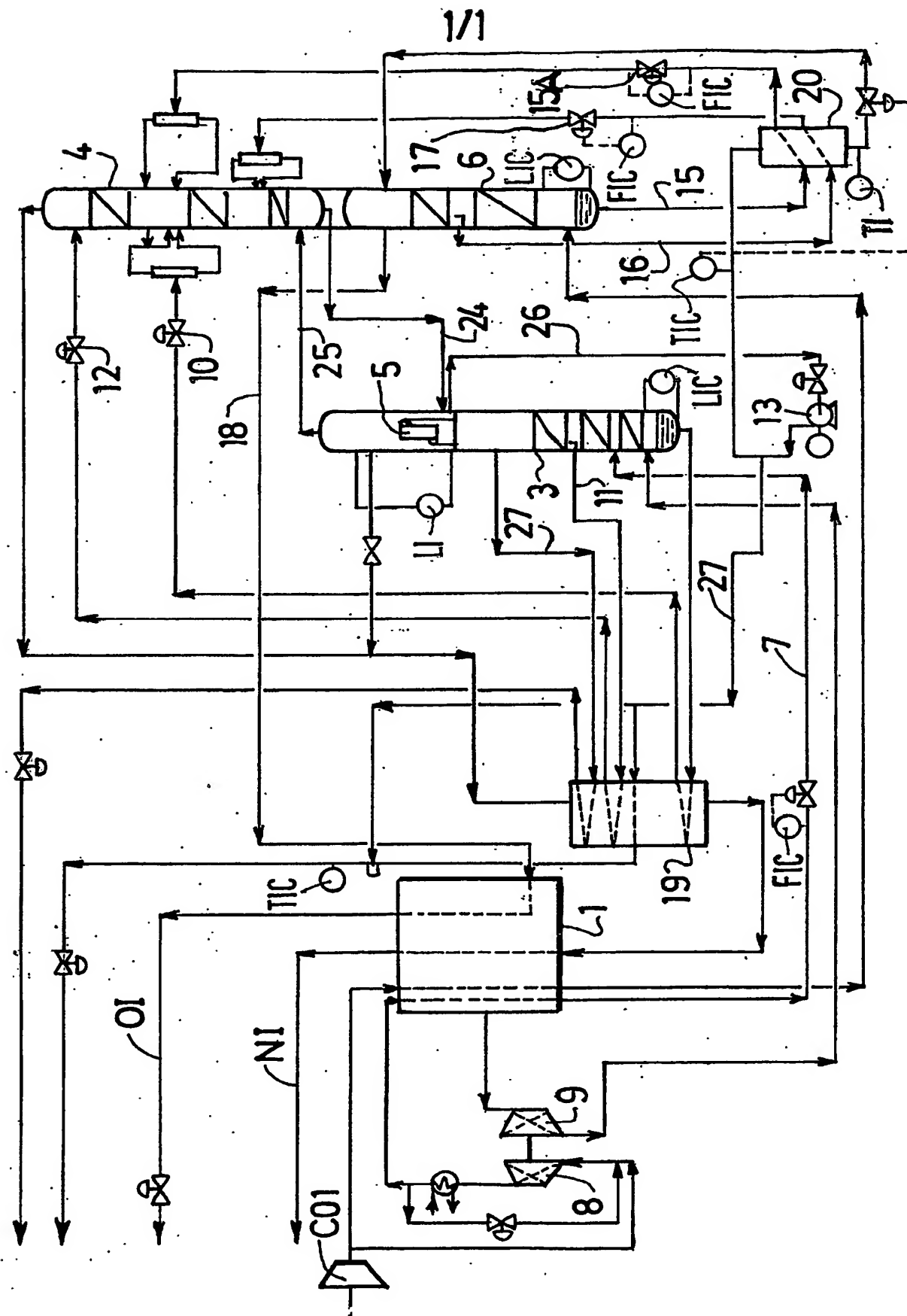
Il sera aisément compris que la double colonne composée des colonnes 3 et 4 peut former une seule structure de façon classique, la colonne de mélange 6 formant une structure à part.

Eventuellement un débit d'oxygène liquide pressurisé et/ou un débit d'azote liquide pressurisé peut se vaporiser dans la ligne d'échange 1 ou dans un vaporiseur dédié.

**REVENDEICATIONS**

1. Procédé de séparation d'air par distillation cryogénique dans une installation comprenant une colonne moyenne pression (3), une colonne basse pression (4) et une colonne de mélange (6) dans lequel
- 5
- i) on comprime de l'air dans un compresseur (C01), on le refroidit dans une ligne d'échange (1) et on envoie une première partie (2) de l'air à la cuve de la colonne de mélange
- ii) on envoie une deuxième partie de l'air à la colonne moyenne pression où il se sépare
- 10
- iii) on envoie un liquide enrichi en oxygène (19) et un liquide enrichi en azote (11) de la colonne moyenne pression vers la colonne basse pression
- iv) on envoie un liquide riche en oxygène (26) de la colonne basse pression vers la tête de la colonne de mélange
- 15
- v) on soutire au moins un débit de liquide (29) de la colonne moyenne ou basse pression
- vi) on surpresse la deuxième partie de l'air dans un surpresseur (8), on le refroidit dans la ligne d'échange, on la divise en une première fraction et une deuxième fraction
- 20
- vii) on refroidit la première fraction de l'air dans la ligne d'échange, on le liquéfie au moins partiellement et on l'envoie à la colonne moyenne pression et/ou la colonne basse pression
- viii) on détend la deuxième fraction de l'air dans une turbine Claude (9) et on l'envoie à la colonne moyenne pression et
- 25
- ix) on soutire un débit riche en oxygène (18) de la colonne de mélange et on le réchauffe dans la ligne d'échange.
2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel le liquide (27, 29) soutiré de la colonne moyenne ou basse pression est un produit final.
- 30
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel le surpresseur (8) est couplé à la turbine Claude (9).

4. Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3 dans lequel le surpresseur est un surpresseur froid.
- 5 5. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la colonne de mélange (6) opère à entre 8 et 20 bars abs.
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel tout l'air destiné à la distillation est comprimé à entre 8 et 20 bars abs.
- 10 7. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel entre 40 et 90 % de l'air destiné à la distillation est surpressé.
8. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'air surpressé est surpressé à entre 12 et 30 bars abs.
- 15 9. Installation de séparation d'air par distillation cryogénique dans un appareil comprenant une colonne moyenne pression (3), une colonne basse pression (4) et une colonne de mélange (6), une turbine Claude (9), un surpresseur (8), des moyens pour comprimer de l'air (C01), des moyens (2) pour envoyer une partie de l'air comprimé de l'air à la colonne de mélange, des moyens 20 pour envoyer une autre partie de l'air comprimé au surpresseur, des moyens pour envoyer une fraction de l'air surpressé à la turbine Claude et pour envoyer l'air détendu à la colonne moyenne pression, des moyens pour envoyer le reste de l'air surpressé à la colonne moyenne pression et/ou 25 basse pression après liquéfaction et détente et des moyens pour soutirer au moins un liquide (27, 29) de la colonne moyenne pression et/ou de la colonne basse pression comme produit final.
- 30 10. Installation selon la revendication 9 dans lequel le surpresseur (8) est couplé à la turbine Claude (9).



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/FR2004/050537

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC 7 F25J3/04		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 F25J		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 698 772 A (BOC GROUP INC) 28 February 1996 (1996-02-28) the whole document	1-10
Y	DE 199 51 521 A (LINDE AG) 3 May 2001 (2001-05-03) column 3, line 17 - line 62; figure 1	1-5,8-10
Y	EP 0 636 845 A (BOC GROUP PLC) 1 February 1995 (1995-02-01)	6,7
A	page 10, line 40 - line 53; figure 4; tables 1,2	1,2,9
A	FR 2 831 249 A (AIR LIQUIDE) 25 April 2003 (2003-04-25) page 2, line 20 - line 22 page 4, line 19 - line 22 page 6, line 30 - line 31; figure	1,3,9,10
-/-		
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <span><input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.</span> <span><input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.</span> </div>		
<div style="display: flex;"> <div style="flex: 1;"> <p>* Special categories of cited documents:</p> <p>*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>*E* earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>*L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>*O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>*P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="flex: 1;"> <p>*T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>*X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>*Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>*&amp;* document member of the same patent family</p> </div> </div>		
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report	
1 April 2005	07/04/2005	
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  Göritz, D	



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/FR2004/050537

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 881 570 A (DRNEVICH RAYMOND FRANCIS ET AL) 16 March 1999 (1999-03-16) figure 3 -----	1,9

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR2004/050537

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0698772	A	28-02-1996	US 5490391 A	13-02-1996
			AU 690295 B2	23-04-1998
			AU 2851595 A	07-03-1996
			DE 69509841 D1	01-07-1999
			DE 69509841 T2	23-09-1999
			EP 0698772 A1	28-02-1996
			JP 8075349 A	19-03-1996
			ZA 9506148 A	06-06-1996
DE 19951521	A	03-05-2001	DE 19951521 A1	03-05-2001
EP 0636845	A	01-02-1995	DE 69419675 D1	02-09-1999
			DE 69419675 T2	06-04-2000
			EP 0636845 A1	01-02-1995
			US 5715706 A	10-02-1998
FR 2831249	A	25-04-2003	FR 2831249 A1	25-04-2003
US 5881570	A	16-03-1999	BR 9901076 A	14-12-1999
			CA 2264459 A1	06-10-1999
			CN 1231417 A	13-10-1999
			ID 23239 A	30-03-2000

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT/FR2004/050537

## A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 7 F25J3/04

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 F25J

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	EP 0 698 772 A (BOC GROUP INC) 28 février 1996 (1996-02-28) le document en entier	1-10
Y	DE 199 51 521 A (LINDE AG) 3 mai 2001 (2001-05-03) colonne 3, ligne 17 - ligne 62; figure 1	1-5, 8-10
Y	EP 0 636 845 A (BOC GROUP PLC) 1 février 1995 (1995-02-01)	6, 7
A	page 10, ligne 40 - ligne 53; figure 4; tableaux 1, 2	1, 2, 9
A	FR 2 831 249 A (AIR LIQUIDE) 25 avril 2003 (2003-04-25) page 2, ligne 20 - ligne 22 page 4, ligne 19 - ligne 22 page 6, ligne 30 - ligne 31; figure	1, 3, 9, 10
	----- -/-	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"Z" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

1 avril 2005

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

07/04/2005

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Göritz, D

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT/FR2004/050537

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>US 5 881 570 A (DRNEVICH RAYMOND FRANCIS ET AL) 16 mars 1999 (1999-03-16) figure 3</p> <p>-----</p>	1,9

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No  
PCT/FR2004/050537

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0698772	A	28-02-1996	US 5490391 A	13-02-1996
			AU 690295 B2	23-04-1998
			AU 2851595 A	07-03-1996
			DE 69509841 D1	01-07-1999
			DE 69509841 T2	23-09-1999
			EP 0698772 A1	28-02-1996
			JP 8075349 A	19-03-1996
			ZA 9506148 A	06-06-1996
DE 19951521	A	03-05-2001	DE 19951521 A1	03-05-2001
EP 0636845	A	01-02-1995	DE 69419675 D1	02-09-1999
			DE 69419675 T2	06-04-2000
			EP 0636845 A1	01-02-1995
			US 5715706 A	10-02-1998
FR 2831249	A	25-04-2003	FR 2831249 A1	25-04-2003
US 5881570	A	16-03-1999	BR 9901076 A	14-12-1999
			CA 2264459 A1	06-10-1999
			CN 1231417 A	13-10-1999
			ID 23239 A	30-03-2000